SIMS 装置の二、三の改良*

畑野 東一**・佐藤 洋一郎**・内田 健治**

(昭和55年12月18日 受理)

Some Improvements on SIMS Instrument

Touichi HATANO, Yoichiro SATO and Kenji UCHIDA

(National Institute for Research in Inorganic Materials, Sakura-mura, Niihari-gun, Ibaraki)

(Received December 18, 1980)

1. はじめに

固体表面をイオン衝撃した際に放出される2次粒子は、固体が均一な組成を有しかつ固体内の拡散や表面変質層の時間変化が無視し得る場合には、固体内部の組成と正確に対応しているはずである。しかしながら放出粒子は全てイオン化しているわけではなく、またそのイオン化率は1次イオンの種類、エネルギー、入射角度に依存するだけでなく、固体表面の形状や組成に強く影響される^{1,2)}。このため固体試料の組成分析にSIMSを利用する際にはその定量性能が常に問題となる。例えば5Nの高純度錫をSIMSにより分析した場合、不純物であるNa⁺の強度は主成分のSn⁺の強度の500倍ある。試料中の不純物は全てNaでありかつNaは全てイオンとして放出されると仮定した場合でも錫のイオン化率は 2×10^{-8} となる。そこで中性の2次粒子をイオン化することによってSIMSの定量性を高める試みが行われており³⁾、Post ionizationと呼ばれている⁴⁾。著者らは2次中性粒子をイオン化するための電子線源を設計し、いくつかの結果を得たので報告する。

2. 電子線源の設計

中性粒子流の電子衝撃によるイオン化をFig. 1に示した様な単純化した系について考える。まず中性粒子は一定速度 v_m (cm/s)で互いに平行に飛行しその流束密度は小さいとする。次に電子は中性粒子流に直交して流速密度 f_e (コ/cm²s)で流れその速度は v_m に比べて充分に大きいとする。さらに中性粒子のイオン化によって粒子の

Fig. 1 Principle of ionization of sputtered neutrals by electron impact.

Fig. 2 Particle velocity calculated as a function of particle energy.

*昭和55年11月13日第21回真空に関する連合講演会で講演(13a-6)

**科学技術庁無機材質研究所(茨城県新治郡桜村)

Fig. 3 Schematic diagram of SIMS equipped with a post ionizer.

飛行方向の変更やエネルギーの変化が生じる場合、その量は無視し得るほど小さいとする。以上の仮定が成り立てば中性粒子のイオン化確率 A は次式で現わされる。

$$A = 1 - \exp\left(-\sigma f_e \frac{l}{v_m}\right) \quad (1)$$

ここで σ は電子衝撃によるイオン化の断面積であり、 l は中性粒子流が電子流を横切る長さである。

1 次イオンの衝撃によって放出される 2 次粒子はその電荷の有無によらずほぼ同様なエネルギー分布を有し、主な部分は $0 \sim 30$ eV の範囲に分布し数 eV に極大を示す⁵⁾。そこで Fig. 2 にいくつかの原子についてそのエネルギーと v_m の関係を示した。図より明かなように本実験で必要とする v_m は $10^5 \sim 3 \times 10^6$ cm/s の範囲にある。

電子線によるイオン化断面積は粒子の種類や電子のエネルギーによって大きく異なり $10^{-16} \sim 10^{-13}$ cm² におよんでいる⁶⁾。

Fig. 1 には単純化した系を示したが 2 次粒子は 1 次イオンの衝撃点から放射状に放出されるから、質量分析計の信号強度を高めるためには試料と分析計のイオン導入口との間の距離は短い方がよい。本実験で用いた分析計ではイオンエネルギーの分析部の焦点距離である 3 cm が上述の距離として推奨されている。さらにイオン化のための電子線が試料や分析計に影響を与えないよう考慮すると実用的な l は 1 cm 程度となる。

式(1)で明らかな様に f_e が大きい程 A は大きくなる。実験に用いた分析計のイオン導入口の直径 D は 1.2 cm である。従って大きな A を得るためには $D \times l$ なる矩形の範囲において f_e が出来るだけ高い値となる電子線源を作らねばならない。以上のことを考慮して Fig. 3 に

Fig. 4 Energy distribution of total ions obtained by the usual mode measurement (SIMS), by residual gas analysis mode (RGA) and by the post ionization mode (Post ionization).

Fig. 5 Positive ion mass spectra of tin measured by the usual method (SIMS) and by operating the post ionizer (Post ionization)

示したような配置の電子線源を作製した。

3. 結果と考察

5 keV のアルゴンイオンビームを 1 次イオンとして実験を行った。ビーム径は試料上で約 1 mm でありイオン電流は 5 nA である。電子衝撃による中性粒子のイオン化効果を調べるために分析計に流入する全イオンのエネルギー分布を測定した。イオン化のための電子電流密度は 2 mA/cm² であり電子のエネルギーは 40 eV である。結果を Fig. 4 に Post ionization として示した。比較のために電子衝撃を行わない場合の全イオンエネルギー分布を図中に SIMS として示した。Fig. 4 で粒子のエネルギーが負側にも分布しているが、これはイオンエ

エネルギーの分析計の通過幅が広いために生じる見かけの結果である。図の分布を積分して得られる全イオン電流を Post ionization と SIMS について比べると電子衝撃によって全イオン電流は約17倍に増加していることが解る。

イオン衝撃により生じた中性粒子をイオン化するために電子線を照射すると系内の残留気体もイオン化される。本実験では差圧型のイオン銃を用いているため試料室内の圧力は 6×10^{-8} Torr でありその主成分は H_2 , He, Ne, Ar である。残留気体は無秩序に運動しているためイオン化してもその全てが分析計に入る訳ではない。しかしながら残留気体の密度は 2×10^9 コ/cm³ であり2次粒子のイオン導入口近傍での密度約 10^9 コ/cm³ より6桁も大きい。そこで残留気体イオンの分析計への流入量を知るために1次イオンの衝撃を停止し、電子線のみを照射した際に流入するイオンのエネルギー分布を測定した。結果を Fig. 4 中に RGA として示した。RGA による全イオン電流は SIMS の場合の約6倍である。従って電子線による中性粒子のイオン化によって全 SIMS 信号量は約11倍になることが解った。Fig. 5 に錫の SIMS スペクトルと Post ionization を行った場合のスペクトルを合せて示したが信号強度は約9倍になっている。

錫のイオン化断面積は不明であるが、 $\sigma = 10^{-16}$ cm², $f_e = 10^{16}$ コ/cm²s (約2mA/cm²), $v_m = 10^8$ cm/s, $l = 1$ cm として A を求めると次の様になる。まず $\sigma f_e l / v_m = 10^{-6} \ll 1$ であるから(1)式は

$$A \doteq \sigma f_e \frac{l}{v_m} \quad (2)$$

と近似できて、 $A = 10^{-6}$ となる。前述の様に Post Ionization を行わない場合の錫のイオン化率は 2×10^{-8} 以下であるから Post Ionization によって信号量は50倍以上に増加しなければならない。従って計算結果と実験結果は正確に一致しないが今後電子線源の改良によって A をさらに大きな値に得られると思われる。

〔文 献〕

- 1) H. Oechsner: Appl. Phys., **8** (1975) 185.
- 2) A. Benninghoven: Surface Sci., **35** (1973) 427.
- 3) T. R. Lundquist: J. Vac. Sci. Technol., **15** (1978) 684.
- 4) H. W. Werner: Vacuum **24** (1974) 493.
- 5) H. Oechsner: Z. Physik **238** (1970) 433
- 6) 高柳和夫:「電子, 原子, 分子の衝突」(培風館 1972)